

추출용매에 따른 포도씨 성분의 마이크로웨이브 추출 특성

이은진¹ · 권중호[†]

경북대학교 식품공학과, ¹(주)과학기술분석센터

Characteristics of Microwave-Assisted Extraction for Grape Seed Components with Different Solvents

Eun-Jin Lee¹ and Joong-Ho Kwon[†]

Department of Food Science and Technology, Kyungpook National University, Daegu 702-701, Korea

¹Science Lab Center Co., Ltd., Daejeon 301-811, Korea

Abstract

Microwave energy (2450 MHz) was applied to extract health-effective components (HEC) from grape seed. Three different solvents approved for grape seed extract, such as water, ethanol and acetone, were confirmed in their microwave-heating properties and by which extraction efficiencies were determined. Microwave-assisted extraction (MAE) was performed under different parameters; microwave power : (0, 50, 100 and 150 W), time : (1, 3, 5, 7, and 9 min), the sample to solvent ratio : (1:20, 1:10, 1:5 and 1:2.5), and particle size(whole, 20, 40 and 60 mesh) and the subsequent extracts were used for determining their physicochemical properties, such as total yield : (TY), total phenolics : (TP), catechin content : (CC), electron donating ability : (EDA), and browning color. The heating properties of solvents demonstrated the optimal ranges of microwave and time as 100 W and 2 to 6 min. The TY and HFC contents were higher with increasing powers in water and ethanol solvents, while HFC contents were lower in acetone at over 100 W. The longer of extraction time up to 5 min, the higher extraction efficiency. Based upon the overall MAE efficiency and solvent recovery, it was found optimal to use 10 times volume of ethanol for 10 mesh of seed particle at 100 W.

Key words : grape seed, microwave extraction, total phenolics, catechin, electron donating ability

서 론

국민소득이 높아짐에 따라 식생활에 대한 현대인의 인식이 달라지면서 각종 건강기능성 식품에 대한 관심이 높아지고 있다. 포도(*grape, Vitis vinifera*)는 세계 과일생산량의 약 30%를 차지하며, 국내 생산량은 연간 40만 톤에 이르고 있다. 세계적으로 포도는 포도주 생산에 가장 많이 이용되고 있지만 국내에서는 주로 생과로 이용되고 있어 부가가치를 높이기 위한 가공제품의 개발이 필요하다. 포도씨는 포도 가공공정에서 과육으로부터 분리되며 포도 중량의 3~5%를 차지한다. 포도씨는 flavan-3-ol 형태의 화합물이 C₄-C₈ 혹은 C₄-C₆에 결합된 폴리페놀을 함유함으로써 혈관

계 질환(1-3)을 예방할 뿐 아니라 자유라디칼 소거와 과산화 이온 형성의 저하에 관여하여 항산화작용(4-6), 항암작용(7,8), 항균작용(9,10) 등 여러 가지 생리활성을 지니는 것으로 알려져 있다. 특히 국내에서는 포도씨유 및 포도씨 유제품이 고시형 건강기능식품으로 등재되어 있다(11). 그러므로 이러한 폐자원을 이용하여 새로운 항산화 및 생리활성을 갖는 기능성 성분을 효과적으로 추출한다면 식품폐기물을 줄일 뿐 아니라 천연자원을 이용한 건강기능성식품 소재로의 개발이 가능할 것이다.

포도씨로부터 생리활성 성분을 추출하기 위해서 용매추출법이나 열수추출법(12,13), 초임계 유체 추출(SFE)(14) 등이 연구되고 있으나 추출 효율이 낮거나 추출물의 안정성, 운영비용 등에서 개선되어야 할 점들이 지적되고 있다. 이러한 단점을 보완하기 위하여 마이크로웨이브 추출공정

[†]Corresponding author. E-mail : jhkwon@knu.ac.kr,
Phone : 82-53-950-5775, Fax : 82-53-950-6772

(microwave-assisted process, MAP)이 소개되었으며, 이는 단시간에 목적성분을 추출할 수 있으므로 신속성과 효율성을 극대화 할 수 있는 장점이 있다. 특히 마이크로웨이브 투과성 용기와 용매를 사용한다면 에너지 효율을 높이고 용매사용량을 줄일 수 있는 잠재력을 지니고 있다(15-18).

따라서 본 연구는 국내에서 발생하는 농산폐자원으로서 포도씨의 유용성분을 효과적으로 추출하고자 마이크로웨이브를 이용하여 식품공전에 등재된 용매들의 가열특성을 확인하고 몇 가지 기능성분의 추출특성을 확인하였다.

재료 및 방법

재료

본 실험에 사용된 포도(*Vitis vinifera*)는 2002년 8월 경북 영천산 *Campbell Early*이며, 포도씨를 분리하여 깨끗이 세척한 후 35~45℃에서 열풍건조하고 4℃에 냉장 보관한 것을 miller를 이용하여 분쇄하고 표준망체를 사용하여 일정한 크기로 분리한 다음 진공 포장하여 냉동보관하면서 시료로 사용하였다. 일반성분은 20 mesh로 분쇄된 분말을 대상으로 AOAC 방법(19)에 따라 분석하여 본 결과 수분 14.3%, 조단백질 7.6%, 조지방 6.4%, 조회분 1.1%, 조섬유 65.8%, 가용성 무질소물 4.8% 등으로 나타났다.

마이크로웨이브 추출장치 및 추출방법

마이크로웨이브 추출은 2,450 MHz 주파수의 실험실용 상압형 추출장치(open vessel type: Microdigest unit, Prolabo, France)를 이용하여 programmable power(max. 250 W)와 time control이 가능하고 환류냉각관이 장착된 추출장치를 사용하였다. 추출방법은 extraction vessel에 일정량의 시료와 용매를 가한 후 추출공정에 변수를 조절하여 추출하고, 두 겹의 여과지(Whatman No. 1)를 사용하여 흡입 여과관 후 일정량의 부피로 하여 분석용 시료로 사용하였다.

추출용매 가열특성 시험

추출에 사용된 추출용매의 가열특성 확인과 추출물의 온도변화를 측정하기 위해서 digital Megal 500 thermometer (Prolabo, Fontenay-sous-Bois cedex, France)를 사용하여 추출 시 각 용매의 시료 존재 유무에 따른 가열 특성을 알아보았다. 이때의 추출조건은 추출의 효율성을 고려하여 microwave power를 100 W로 고정하고 추출시간은 3분, 시료 대 용매비는 1:10으로 하였다.

추출조건 설정 시험

추출조건을 설정하기 위하여 식품첨가물공전(20)에 등재된 물, 에탄올 및 아세톤을 선정하고 microwave 에너지 용량 별(0, 50, 100, 150 W)로 추출하여 추출물의 품질 특성

을 확인하였다. 여기에서 결정된 microwave power에서 추출 시간(1, 3, 5, 7, 9 min) 별로 추출하여 그 결과를 비교하였으며, 아울러 용매비(1:20, 1:10, 1:5, 1:2.5), 시료의 입자크기(whole, 20, 40, 60 mesh)에 대한 추출효율을 확인하였다.

추출물의 수율 측정

각 조건에서 얻어진 추출물의 총 수율(total yield)은 추출액 10 mL를 항량을 구한 수기에 취하여 105℃에서 증발 건조시켜 그 무게를 측정하고 사용된 원료량(건물량)에 대한 백분율로써 총 추출수율(%)을 나타내었다(21).

총 페놀성 화합물 함량 측정

각 추출물의 총 페놀성 화합물 함량은 Folin-Denis법(22)에 따라 비색 정량하였다. 즉, 추출액을 일정하게 희석한 검액 2 mL에 Folin-Ciocalteu 시약 2 mL를 가하여 혼합하고 3분 후 10% Na₂CO₃ 2 mL를 넣어 진탕한 다음 1시간 실온에서 방치하고 UV-visible spectrophotometer(UV-160 PC Shimadzu, Kyoto, Japan)를 이용하여 700 nm에서 흡광도를 측정하였다. 이때 표준물질로는 gallic acid(5~50 µg/mL)를 사용하여 표준곡선에 따라 정량하였다.

카테킨 함량 측정

각 추출물의 카테킨 함량 측정은 식품공전(23)에 준하여 바닐린 비색법에 의하여 실시하였다. 시험용액은 rotary evaporator를 사용하여 추출물로부터 용매를 제거한 후 80% methanol에 용해시켜 제조하였으며, 시험용액 1 mL에 발색시약(o-vanillin 1 g을 methanol 100 mL에 용해시키고 따로 methanol의 8% 농도가 되도록 진한 염산을 혼합하여 시험 전에 vanillin 용액과 염산용액을 1:1로 혼합한 것) 5 mL를 넣고 30℃ water bath에서 20분간 반응시킨 후 UV-visible spectrophotometer를 이용하여 500 nm에서 흡광도를 측정하였다. 이때 표준곡선은 (+)-catechin을 methanol에 녹여 100~1000 µg/mL로 조제하여 다음 식에 의해 시료 중의 catechin 함량(mg/100 g)을 구하였다.

$$\text{카테킨 함량 (mg/100 g)} = C \times \left(\frac{V \times N}{W} \right) \times \frac{10}{100}$$

C : 시험용액 중 catechin의 농도(µg/g)

W : 검체채취량(g)

V : 시험용액 전량(mL)

N : 시험용액의 희석배수

전자공여능 측정

시험용액의 전자공여능(electron donating ability, EDA) 측정은 *o,o'*-diphenyl- β -picrylhydrazyl(DPPH)을 사용한 방법(24)에 준하였다. 즉, DPPH 시약 12 mg을 absolute

ethanol 100 mL에 용해한 후 증류수 100 mL를 가하고 50% ethanol 용액을 blank로 하여 517 nm에서 DPPH 용액의 흡광도를 약 1.0으로 조정하였다. 이 시약 5 mL를 취하여 시료용액 0.5 mL와 혼합한 후 상온에서 30초간 방치시킨 다음 517 nm에서 흡광도를 측정하여 시료 첨가구와 무첨가구의 흡광도 차이를 백분율(%)로 표시하여 전자공여능으로 하였다.

$$\text{EDA}(\%) = \left(1 - \frac{\text{시료 첨가구의 흡광도}}{\text{공시험의 흡광도}} \right) \times 100$$

갈색도 측정

각 추출물의 갈색도는 UV-visible spectrophotometer를 사용하여 420 nm에서 측정하였으며, 필요할 경우에 회색하여 사용하였다.

결과분석

각 조건에서의 추출실험과 추출물의 품질분석은 3회 반복으로 측정하여 평균과 표준편차로 나타내었다. 또한 처리군 간 비교를 위해서 상대적 표준편차(relative standard deviation, %RSD, S.D./mean x 100) 값으로 나타내었다.

결과 및 고찰

추출용매의 마이크로웨이브 가열특성

포도씨 추출에 사용되는 용매는 식품첨가물공전(20)에 등재되어 있는 물, 에탄올, 아세톤을 사용하였으며, 이들 용매의 마이크로웨이브에 의한 가열특성을 확인하기 위해 megal thermometer와 integration program을 사용하여 작성하였다. Fig. 1에서와 같이 100 W의 microwave power로 50 mL의 용매에 focused irradiation하였을 때 피조사체인 용매의 온도는 30초 이후부터 신속하게 상승하여 water는

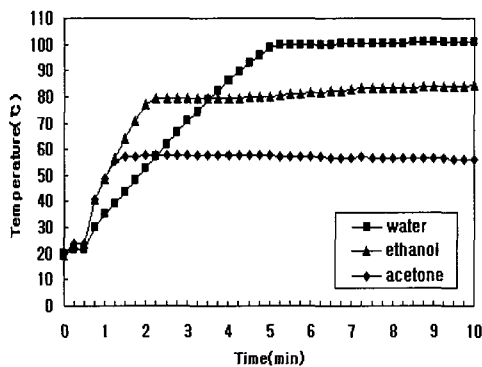


Fig. 1. Heating curves of 50 mL of different solvents (water, ethanol, acetone) at 100 W of microwave power.

6분이 경과하면서, ethanol은 3분 이내에 acetone는 2분 이내에 각각 boiling point(°C/760 mmHg: water 100, ethanol 78.5, acetone 55.5~56.5)에 도달하였다. 그러므로 각각의 유전상수(dielectric constants/25°C: water 78.54, ethanol 24.35, acetone 20.70)에 따라 boiling point에 도달하는 시간이 1~5분 범위에서 다소 상이하게 나타내는 것을 알 수 있다(18).

각 용매별 추출 시료의 존재 여부에 따른 가열 특성을 알아보기 위해 포도씨 분말(20 mesh)을 함유하여 가열곡선을 나타내 본 결과, 시료가 함유된 경우는 용매 자체에 비하여 온도 상승이 보다 완만하였으며 포화온도가 낮아진 것을 알 수 있었다. 물은 1분이 경과하면서부터 시료가 함유된 것이 시료가 없는 것보다 4~5°C정도 낮았으며, 시료가 존재함으로 인해 4 분가량 늦게 boiling point에 도달하였다. 에탄올 또한 시료가 함유된 것이 3분가량 늦게 boiling point에 도달하였으며, 아세톤은 1분 이내로 시료의 존재 유무에 따라 boiling point에 도달하는 시간적 차이가 가장 적게 나타났다. 이와 같은 가열특성을 바탕으로 고려해 볼 때 본 실험에서는 100 W에서 2~6분 내외의 조사가 필요한 것으로 나타났다. 이 같은 결과는 섬백리향 식물소재의 MAP 추출(25)에서도 보고된 바 있다.

에너지 용량 및 용매 별 추출 효율

가열특성 확인 결과를 바탕으로 하여 식품첨가물공전에서 허용된 용매별로 추출시간 3분, 용매비 1:10(5 g/50 mL), 입자크기 20 mesh로 고정하여 에너지 용량 별(0~150 W) 추출효율을 확인한 결과는 Table 1과 같다. 총 추출수율은 물, 에탄올, 아세톤 순으로 높았으며, 물에 비해서 에탄올, 아세톤을 사용하였을 때 2배 이상 높음을 알 수 있었다. 또한 100 W 이상에서는 에탄올과 아세톤의 추출수율의 차이가 2% 내외로 나타났다. 또한 아세톤이 최고 18.11%로 가장 높게 나타났으나 이외의 총 페놀성 화합물, 카테킨 등 유효성분의 경우 에탄올이 더욱 높게 나타났다. 용매별로 살펴보면 물, 에탄올의 경우에는 에너지 용량에 따라 함량이 점차적으로 증가되는 것을 알 수 있었으나, 반면에 에탄올 및 아세톤은 100 W 이상의 power에서는 오히려 감소되는 경향을 나타내었다. 이 중 아세톤의 경우 끓는점이 상대적으로 낮고 휘발성이 강해 추출수율이 낮은 것으로 사료되며, 지나친 용량의 microwave 조사는 용매추출물의 가열을 불안정하게 하여 결과적으로 에너지 효율을 저하시키고, 경우에 따라서는 유효성분의 안정성에도 영향을 미칠 수 있다는 기존의 연구 결과를 뒷받침할 수 있었다(25). 따라서 용매의 효율성이나 안전성, 실용성, 잔류문제 등을 고려하여 향후 최적화 실험에서는 에탄올을 추출용매로 선정하였다(18,24).

추출시간에 따른 추출 효율

마이크로웨이브를 이용한 추출공정에서 추출시간에 따

Table 1. Effect of microwave power on total yield, total phenolics, catechin contents, electron donating ability, and browning color of grape seed extract with different solvents¹⁾

Power (W)	Solvent	Total yield (% d.b)	Total phenolics (% d.b.)	Catechin contents (% d.b.)	Electron donating ability(%)	Browning color (O.D. 420 nm)
0	Water	3.01±0.10 ²⁾ (3.32) ³⁾	0.66±0.01(1.52)	0.39±0.01(2.56)	18.4±1.4(7.61)	⁴⁾
	Ethanol	7.89±0.13(1.65)	1.79±0.01(0.56)	2.47±0.02(0.81)	45.3±0.9(1.99)	0.160±0.003(1.88)
	Acetone	8.91±0.06(0.67)	0.21±0.00(0.00)	1.49±0.02(1.34)	28.0±0.2(0.71)	0.127±0.000(0.00)
50	Water	4.10±0.21(5.12)	1.01±0.04(3.96)	0.82±0.09(10.98)	35.8±4.6(12.85)	0.250±0.002 ⁴⁾ (0.80)
	Ethanol	8.65±0.09(1.04)	2.12±0.04(1.89)	3.98±0.02(0.50)	50.7±1.0(1.97)	0.383±0.002(0.52)
	Acetone	15.20±0.35(2.30)	1.71±0.00(0.00)	2.44±0.00(0.00)	32.3±0.0(0.00)	0.186±0.000(0.00)
100	Water	5.81±0.17(2.93)	1.37±0.11(8.03)	1.36±0.01(0.74)	51.2±0.2(0.39)	0.361±0.012 ⁴⁾ (3.32)
	Ethanol	10.07±0.95(9.43)	2.35±0.06(2.55)	4.13±0.03(0.73)	50.4±0.4(0.79)	0.318±0.000(0.00)
	Acetone	12.62±0.12(0.95)	1.50±0.06(4.00)	2.18±0.00(0.00)	29.8±0.5(1.68)	0.141±0.001(0.71)
150	Water	7.73±0.08(1.03)	1.83±0.02(1.09)	2.11±0.01(0.47)	59.9±0.2(0.33)	0.510±0.000 ⁴⁾ (0.00)
	Ethanol	16.24±0.09(0.55)	2.39±0.06(2.51)	3.93±0.02(0.51)	51.2±0.4(0.78)	0.347±0.001(0.29)
	Acetone	18.11±0.24(1.33)	1.34±0.01(0.75)	1.86±0.00(0.00)	26.6±0.6(2.26)	0.132±0.001(0.76)

¹⁾Microwave-assisted extraction was performed for 3 min on a mixture composed of 5 g of sample and 50 mL of solvent.

²⁾Mean of triplicates ± s.d.

³⁾Relative s.d. = s.d./mean × 100.

⁴⁾Solution was diluted to 10 percent and water extract at 0 W was turbid.

Table 2. Effect of extraction time on total yield, total phenolics, catechin contents, electron donating ability, and browning color of grape seed extract with different solvents¹⁾

Extraction time (min)	Solvent	Total yield (% d.b)	Total phenolics (% d.b.)	Catechin contents (% d.b.)	Electron donating ability(%)	Browning color (O.D. 420 nm)
1	Water	2.25±0.50 ²⁾ (22.22) ³⁾	0.99±0.01(1.01)	0.32±0.02(6.25)	26.7±1.7(6.37)	0.192±0.001 ⁴⁾ (0.52)
	Ethanol	9.16±0.10(1.09)	2.17±0.03(1.38)	2.69±0.04(1.49)	51.7±1.3(2.51)	0.208±0.001(0.48)
	Acetone	12.75±0.08(0.63)	1.75±0.03(1.71)	1.76±0.00(0.00)	43.9±0.4(0.91)	0.125±0.001(0.80)
3	Water	3.20±0.03(0.94)	1.32±0.00(0.00)	0.57±0.01(1.75)	35.6±0.2(0.56)	0.121±0.001 ⁴⁾ (0.83)
	Ethanol	10.58±0.13(1.23)	2.80±0.03(1.07)	3.68±0.04(1.09)	57.2±13.6(23.78)	0.291±0.000(0.00)
	Acetone	12.86±0.15(1.17)	1.89±0.03(1.59)	1.97±0.00(0.00)	45.4±0.5(1.10)	0.155±0.000(0.00)
5	Water	5.44±1.35(24.82)	2.27±0.01(0.44)	1.34±0.02(1.49)	65.3±0.7(1.07)	0.538±0.000 ⁴⁾ (0.00)
	Ethanol	11.65±0.01(0.09)	2.85±0.02(0.70)	3.82±0.02(0.52)	57.5±0.0(0.00)	0.314±0.001(0.32)
	Acetone	12.95±0.05(0.39)	1.91±0.03(1.57)	1.90±0.00(0.00)	46.5±1.1(2.37)	0.139±0.000(0.00)
7	Water	6.25±0.40(6.40)	2.51±0.04(1.59)	1.36±0.01(0.74)	66.4±0.6(0.90)	0.486±0.000 ⁴⁾ (0.00)
	Ethanol	12.42±0.13(1.05)	2.97±0.03(1.01)	3.89±0.00(0.00)	58.3±3.7(6.35)	0.310±0.000(0.00)
	Acetone	12.71±0.03(0.24)	1.83±0.05(2.73)	1.73±0.04(2.31)	49.8±0.5(1.00)	0.169±0.001(0.59)
9	Water	6.88±1.62(23.55)	2.63±0.02(0.76)	1.85±0.01(0.54)	69.4±0.2(0.29)	0.504±0.000 ⁴⁾ (0.00)
	Ethanol	11.43±0.30(2.62)	3.12±0.04(1.28)	4.12±0.01(0.24)	66.1±0.1(0.15)	0.319±0.000(0.00)
	Acetone	13.08±0.24(1.83)	1.91±0.02(1.05)	1.93±0.01(0.52)	48.6±1.1(2.26)	0.135±0.000(0.00)

¹⁾Microwave-assisted extraction was performed at 100 W on a mixture composed of 5 g of sample and 50 mL of solvent.

²⁾Mean of triplicates ± s.d.

³⁾Relative s.d. = s.d./mean × 100.

⁴⁾The solution was diluted to 10 percent.

른 추출물의 품질 특성을 확인해 보기 위하여 앞선 3가지 용매를 사용하여 1~9 분간 추출하였다. 이때 입자크기는 20 mesh를 이용하였고 microwave power는 100 W, 용매비는 1:10으로 고정하여 실시하였다. Table 2에서와 같이 아세톤으로 추출한 것이 총 추출수율이 13.08%로 가장 높았으나 다른 페놀성 화합물 및 카테킨 등의 유효성분 추출효율은 에탄올로 추출한 것보다 낮았다. 또한 아세톤으로 추출한 경우에는 추출 시간에 따라 증가하는 폭이 작을 뿐 아니라 오히려 낮아지는 것을 알 수 있었다. 물로 추출할 경우에는 총 수율 및 유효성분의 용출량이 가장 낮았으며, 에탄올의 경우에는 아세톤보다 총 수율은 조금 낮은 편이나 유효성분의 추출 및 전자공여능이 3가지 용매 중 가장 우수한 것으로 나타났다. 또한 모든 용매에서 추출시간이 길어질수록 총 수율 및 유효성분의 추출이 증가되었으며, 5분이 경과한 후에는 증가의 폭이 둔화되었다. 이 같은 결과는 Lee 등(26)과 Kim 등(27)의 연구결과에서와 같이 마이크로웨이브를 이용한 인삼성분의 추출조건 최적화에서도 장시간 추출 시 유효성분의 안정성에 영향을 미칠 수 있으므로 마이크로웨이브를 이용한 추출의 특성을 고려한다면 5분 이내의 짧은 시간으로 추출하는 것이 가장 효율적임을 확인하였다(18).

용매비 및 입자크기에 따른 추출 효율

마이크로웨이브를 이용한 포도씨 추출물의 추출공정에

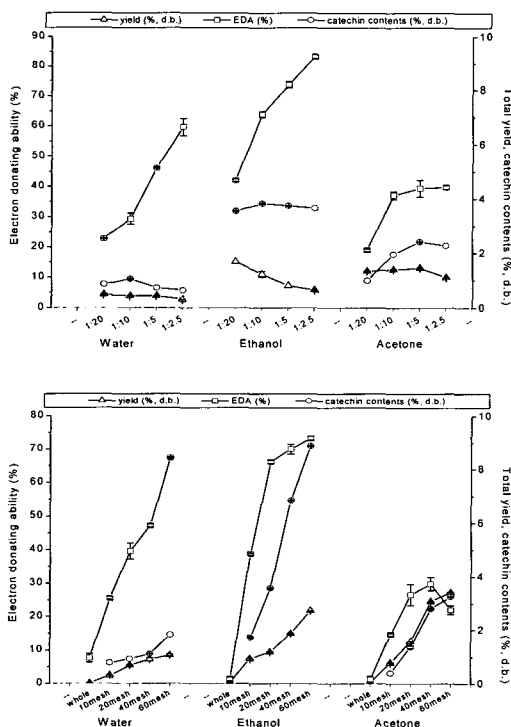


Fig. 2. Effect of solvent ratio and particle size on total yield, catechin contents, and electron donating ability of grape seed extracts by microwave-assisted extraction with different solvents.

Table 3. Effect of the sample to solvent ratio on electron donating ability and browning color of grape seed extract with different solvents¹⁾

Ratio	Solvent	Electron donating ability (%)	Browning color (O.D. 420 nm/g)
1 : 20	water	9.1±0.1 ²⁾ (1.10) ³⁾	0.029±0.0003 ⁴⁾ (1.03)
	ethanol	16.8±0.2 (1.19)	0.064±0.0006 (0.94)
	acetone	7.6±0.2 (2.63)	0.039±0.0003 (0.77)
1 : 10	water	5.9±0.4 (6.78)	0.048±0.0004 ⁴⁾ (0.83)
	ethanol	12.8±0.2 (1.56)	0.055±0.0001 (0.18)
	acetone	7.4±0.3 (4.05)	0.030±0.0004 (1.33)
1 : 5	water	4.6±0.0 (0.00)	0.024±0.0001 ⁴⁾ (0.42)
	ethanol	7.4±0.1 (1.35)	0.027±0.0003 (1.11)
	acetone	4.0±0.6 (15.00)	0.013±0.0000 (0.00)
1 : 2.5	water	3.0±0.1 (3.33)	0.052±0.0000 ⁴⁾ (0.00)
	ethanol	4.2±0.0 (0.00)	0.022±0.0000 (0.00)
	acetone	2.0±0.0 (0.00)	0.101±0.0000 (0.00)

¹⁾Microwave-assisted extraction was performed for 3 min at 100 W on a mixture composed of sample(2.5 g ~ 20 g) and 50 mL of solvent.
²⁾Mean of triplicates ± s.d.
³⁾Relative s.d. = s.d./mean × 100.
⁴⁾The solution was diluted to 10 percent.

서 용매비에 따른 추출효율을 확인하기 위해서 용매의 양을 50 mL로 고정하고 20 mesh로 분쇄한 시료의 양을 일정비율(2.5, 5, 10, 20 g)로 첨가하여 100 W의 microwave power로 3분간 추출을 실시하여 Fig. 2에 나타내었다. 또한 시료의 양에 따른 전자공여능과 갈색도의 결과를 Table 3에 나타내었다. 물과 에탄올에서는 용매비가 클수록 총 수율 및 유효성분의 함량이 증가됨을 알 수 있었으며, Fig. 2과 같이 용매의 종류별로는 에탄올의 추출효율이 가장 높은 것으로 나타났다. 따라서 향후 최적화 실험에서는 용매의 희수 및 효율성을 고려하여 시료에 대한 용매비를 1:10으로 고정하였다. 또한 시료의 입자크기에 따른 추출특성을 확인하기 위하여 용매비를 고정하고 포도씨를 분쇄하지 않은 시료(whole) 및 분쇄하여 일정한 크기(10, 20, 40, 60 mesh)로 하여 100 W에서 3분간 추출하였다. 그 결과 Fig. 2에서와 같이 whole 시료의 경우가 다른 분쇄시료에 비해 가장 낮은 값을 보였다. 또한 시료입자 크기가 작아질수록 추출수율이 높아짐을 알 수 있었고, 에탄올로 추출하였을 때 유효성

분의 함량이 가장 높게 나타났다. 한편 아세톤의 경우 총 수율이 입자크기가 작아질수록 그 증가폭이 가장 큼을 알 수 있었다(28). 그러나 예비실험에서 포도씨의 분쇄 시 수득율을 확인하였을 때 10 mesh의 경우 약 95% 이상이었으나, 20 mesh의 경우는 약 26%, 40 mesh는 약 3%, 60 mesh는 약 2%로 확인됨으로써 포도씨의 분쇄 시 폐기량을 고려한다면 최적화 실험에서는 10 mesh로 고정하여 실험에 사용하는 것이 가장 효율적이라 판단되었다.

요 약

포도씨 유용성분을 효과적으로 추출하고자 마이크로웨이브를 이용하여 허용된 용매들(물, 에탄올, 아세톤)의 가열 특성을 확인하고 몇 가지 기능성분의 추출특성을 평가하였다. 이 때 추출조건의 설정을 위하여 microwave power(0, 50, 100, 150 W), 추출시간(1, 3, 5, 7, 9 min), 시료와 용매비(1:20, 1:10, 1:5, 1:2.5), 시료 입자크기(whole, 20, 40, 60 mesh) 별로 구분하여 추출하였으며, 추출물의 총 수율, 총 페놀성 화합물 함량, 카테킨 함량, 전자공여능, 갈색도 등을 측정하여 추출효율을 알아보았다. 용매의 가열특성 확인에서 본 실험은 100 W에서 2~6분 범위의 조사가 필요한 것으로 나타났다. 마이크로웨이브 용량이 높아질수록 물과 에탄올은 총 수율 및 유효성분의 함량이 증가되었으나, 아세톤은 100 W 이상에서는 오히려 감소되는 경향이였다. 모든 용매에서 추출시간이 길어질수록 총 수율과 유효성분 함량이 증가하였으나, 5분 경과부터는 둔화되었다. 전반적인 추출효율과 용매회수 등을 고려한다면 포도씨 유용성분의 추출용매는 에탄올, 에너지용량은 100 W 내외, 용매비는 1:10, 입자크기는 10 mesh 조건이 적합한 것으로 나타났다.

참고문헌

- Gabetta, B., Fuzzati, N., Griffini, A., Lolla, E., Pace, R., Ruffilli, T. and Peterlongo, F. (2000) Characterization of proanthocyanidins from grape seeds. *Fitoterapia*, 71, 162-175
- Tabib, K., Bitri, L., Besancon, P. and Rouanet, J. (1994) Polymeric grape seed tannins prevent plasma-cholesterol changes in high-cholesterol-fed rats. *Food Chem.*, 49, 403-406
- Yamakoshi, J., Kataoka, S., Koga, T. and Ariga, T. (1999) Proanthocyanidin-rich extract from grape seeds attenuates the development of aortic atherosclerosis in cholesterol-fed rabbits. *Atherosclerosis*. 142. 139-149
- Pack, S.J., Lee, H.Y. and Oh, D.H. (2003) Free radical scavenging effect of seed and skin extracts from Campbell early grape(*Vitis labruscana* B.). *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.*, 32, 115-118
- Jang, J.K. and Han, J.Y. (2002) The antioxidant ability of grape seed extracts. *Korean J. Food Sci. Technol.*, 34, 524-528
- Chung, H.Y. and Yoon, S.J. (2002) Antioxidant activity of grape seed extract. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.*, 31, 893-898
- Bagchi, D., Bagchi, M., Stohs, S.J., Das, D.K., Ray, S.D., Kuszynski, C.A., Joshi, S.S. and Pruess, H.G. (2000) Free radicals and grape seed proanthocyanidin extract: importance in human health and disease prevention. *Toxicol.*, 148, 187-197
- Pack, S.J., Lee, H.Y., Pack, B.K. and Oh, D.H. (2002) Screening biological activities of grape seed and skin extracts of *Campbell Early* (*Vitis labruscana* B.). *Nutraceuticals & Food*, 7, 231-237
- Jayaprakasha, G.K., Selvi, T. and Sakariah, K.K. (2003) Antibacterial and antioxidant activities of grape (*Vitis vinifera*) seed extracts, *Food Res. Intl.*, 36, 117-122
- Chung, H.Y. and Pack, D.K. (2003) Antimicrobial activity of grape seed extract. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.*, 32, 109-114
- KFDA (2004) Standard Code for Health Functional Food. Korea Food and Drug Administration, Seoul, p.100-101
- Pekić, B., Kovač, V., Alonso, E. and Revilla, E. (1998) Study of the extraction of proanthocyanidins from grape seeds. *Food Chem.*, 61, p. 201-206
- Jang, J.K. and Han, J.Y. (2002) The antioxidant ability of grape seed extracts. *Korean J. Food Sci. Technol.*, 34, 524-528
- Lee, W.Y., Chang, K.S. and Choi, Y.H. (2000) Extraction of phenolic compounds from grape seed using supercritical CO₂ and ethanol as a co-solvent. *Korean J. Postharvest Sci. Technol.*, 7, 177-183
- Ganzier, K. and Salgo, A. (1987) Microwave-extraction-a new method superseding traditional soxhlet extraction. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.*, 184, 274-276
- Pare, J.R.J., Sigouin, M., and Lapointe, J. (1991) Microwave-Assisted Natural Products Extraction, US Patent 5 002 784, 26 March
- Lopez-Avila, V., Young, R. and Teplitzky, N. (1996) Microwave-assisted extraction as an alternative to soxhlet, sonication, and supercritical fluid extraction. *J. AOAC Intl.*, 79. 142-156

18. Kwon, J.H. (1998) High speed extraction of phytochemicals from food and natural products using microwave-assisted process. *Food Sci. Ind.*, 31, 43-55
19. A.O.A.C (1990) Official Method of Analysis, 15th ed., Association of Official Analytical Chemists, Washington, D.C. p.200-202
20. KFDA (2003) Food Additives Code, Korea Food & Drug Administration, Korea Food Industry Association, p.992-993
21. Kwon, J.H., Belanger, J.M.R. and Pare, J.R.J. (2003) Optimization of microwave- assisted extraction (MAP) for ginseng components by response surface methodology. *J. Agric. Food Chem.*, 51, 1807-1810
22. Amerine, M.A. and Ough, C.S. (1980) Methods for Analysis of Musts and Win. Wiley & Sons, New York, p.176-180
23. KFDA (2005) Food Standard Code, Korea Food & Drug Administration, p.361-362
24. Blois, M.S. (1958) Antioxidant determination by the use of a stable free radical. *Nature*, 4617, 1198-1199
25. Kwon, Y.J., Noh, J.E., Lee, J.E., Lee, S.H., Choi, Y.H. and Kwon, J.H. (2005) Prediction of optimal extraction conditions in microwave-assisted process for antioxidant-related components from *Thymus quinquecostatus*. *Korean J. Food Preserv.*, 12, 344-349
26. Lee, S.B., Lee, G.D. and Kwon, J.H. (1999) Optimization of extraction conditions for soluble ginseng components using microwave extraction system under pressure. *J. Korean Soc. Food Sci. Nutr.*, 28, 409-416
27. Kim, K.E., Lee, G.D. and Kwon, J.H. (2000) Pre-establishment of microwave- assisted extraction under atmospheric pressure condition for ginseng components. *Korean J. Food Sci. Technol.*, 32, 323-327
28. Noh, J.E., Choi, Y.K., Kim, H.K. and Kwon, J.H. (2005) Pre-establishment of microwave-assisted extraction conditions for antioxidative extracts from cabbage. *Korean J. Food Preserv.*, 12, 62-67

(접수 2005년 11월 22일, 채택 2006년 3월 17일)